



(19) Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 459 552 A1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 91201032.9

(51) Int. Cl. 5: **C08K 9/02, C09C 1/02,  
H01B 1/06**

(22) Anmelddatum: 01.05.91

(30) Priorität: 26.05.90 DE 4017044

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
04.12.91 Patentblatt 91/49

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI NL SE**

(71) Anmelder: **METALLGESELLSCHAFT  
Aktiengesellschaft  
Reuterweg 14  
W-6000 Frankfurt am Main(DE)**

(72) Erfinder: **Aderhold, Clemens, Dr.  
Josef-Brocke-Dyk 143  
W-4150 Krefeld(DE)  
Erfinder: Griebler, Wolf-Dieter, Dr.  
Zahnstrasse 25  
W-4130 Moers 1(DE)  
Erfinder: Hocken, Jörg, Dr.  
Oberkasseler Strasse 45  
W-4000 Düsseldorf 11(DE)  
Erfinder: Rosin, Uwe  
Elsterstrasse 55  
W-4132 Kamp-Lintfort(DE)  
Erfinder: Rudolph, Günther, Dr.  
Albert-Schweitzer-Strasse 5  
W-6451 Neuberg 1(DE)**

(54) **Elektrisch leitfähiges Bariumsulfat und Verfahren zu seiner Herstellung.**

(57) Es wird ein elektrisch leitfähiges Bariumsulfat beschrieben, das aus BaSO<sub>4</sub>-Teilchen besteht, die von einer Schicht aus mit Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dotiertem SnO<sub>2</sub> umhüllt sind. Ferner wird ein Verfahren zur Herstellung des elektrisch leitfähigen Bariumsulfats beschrieben. Das elektrisch leitfähige Bariumsulfat zeichnet sich durch eine thermisch stabile elektrische Leitfähigkeit und durch eine besonders gute Dispergierbarkeit in Kunststoffen aus.

**EP 0 459 552 A1**

Die Erfindung betrifft elektrisch leitfähiges Bariumsulfat, die Verwendung des elektrisch leitfähigen Bariumsulfats und ein Verfahren zu seiner Herstellung.

Die elektrisch isolierenden Eigenschaften von Kunststoffen führen bei ihrer Anwendung in einigen Fällen zu technischen Problemen. Wenn beispielsweise elektronische Bauelemente von größeren, elektromagnetischen Feldern abgeschirmt werden müssen, wie das bei Computergehäusen der Fall ist, oder wenn elektrische Ladungen von Bauelementen abgeleitet werden sollen, sind die elektrisch isolierenden Eigenschaften von Kunststoffen besonders nachteilig. Schwierigkeiten als Folge der elektrisch isolierenden Eigenschaften der Kunststoffe ergeben sich auch bei der Lagerung von Sprengstoffen oder IC-Schaltelementen, bei der Herstellung antistatisch ausgerüsteter medizinischer Gummwaren, antistatisch ausgerüsteter Teppichböden oder elektrisch leitfähiger Metallklebstoffe. Es ist bekannt, die elektrische Leitfähigkeit von Polymeren durch Zusatz von leitfähigen Partikeln herbeizuführen. Als leitfähige Partikel kommen dabei Metall- oder Rußpartikel sowie Partikel, die aus halbleitenden Oxiden, wie Zinkoxid, oder Jodiden, wie Kupferjodid, bestehen, zum Einsatz. Bei Verwendung von Metall- oder Rußpartikeln ist jedoch nachteilig, daß die mit den Additiven versetzten Polymere schwarz gefärbt sind, was in vielen Fällen nicht erwünscht ist. Werden Partikel aus Zinkoxid verwendet, so kommt es zu nachteiligen temperaturabhängigen Schwankungen der elektrischen Leitfähigkeit. Mit Kupferjodid versetzte Polymere weisen nur eine geringe chemische Stabilität auf, so daß die Anzahl der Anwendungsfälle von mit Kupferjodid versetzten Polymeren beschränkt ist.

In der JP-56157438-A wird ein Verfahren zur Herstellung einer Pulvermischung beschrieben, die Kunststoffen zugegeben werden kann, um die elektrische Leitfähigkeit der Kunststoffe herbeizuführen. Nach diesem Verfahren wird eine erhitzte, wässrige Bariumsulfatdispersion mit einer Lösung versetzt, die  $\text{SnCl}_4$  und  $\text{SbCl}_3$  enthält. Dabei wird eine Fällung in saurem Medium durchgeführt, bei der eine Pulvermischung entsteht, die aus  $\text{SnO}_2$ -Pulver und  $\text{BaSO}_4$ -Pulver besteht. Die mit dieser Pulvermischung versetzten Kunststoffe weisen jedoch eine elektrische Leitfähigkeit auf, die thermisch nicht stabil ist. Ferner ist die Dispergierbarkeit der Pulvermischung in Kunststoffen relativ schlecht, so daß die Herstellung eines homogenen Gefüges aus Pulvermischung und Kunststoff problematisch ist.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein elektrisch leitfähiges Bariumsulfat zu schaffen, das eine thermisch stabile elektrische Leitfähigkeit und eine gute Dispergierbarkeit in Kunststoffen aufweist. Darüberhinaus besteht die der Er-

findung zugrundeliegende Aufgabe darin, ein Verfahren zur Herstellung des elektrisch leitfähigen Bariumsulfats zu schaffen, das mit technisch einfachen Mitteln durchführbar ist und mit hoher Reaktionsgeschwindigkeit abläuft.

Die der Erfindung zugrundeliegende Aufgabe wird dadurch gelöst, daß das elektrisch leitfähige Bariumsulfat aus  $\text{BaSO}_4$ -Teilchen besteht, die von einer Schicht aus mit  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  dotiertem  $\text{SnO}_2$  umhüllt sind. Der Anteil von  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  in der  $\text{SnO}_2$ -Schicht beträgt 1 bis 15 Gew.-%. Die Schicht hat eine Dicke von 2 bis 80 nm. Das  $\text{BaSO}_4$  hat eine spezifische Oberfläche von 0,1 bis 150  $\text{m}^2/\text{g}$ . Die spezifische elektrische Leitfähigkeit des erfindungsgemäßes Stoffes beträgt  $1,2 \times 10^{-4}$  bis  $7 \times 10^{-1}$  ( $\Omega \times \text{cm})^{-1}$ . Es hat sich überraschenderweise gezeigt, daß das erfindungsgemäße, elektrisch leitfähige Bariumsulfat eine gute Dispergierbarkeit in Kunststoffen, besonders in Harzen, aufweist. Ferner zeichnen sich die mit dem erfindungsgemäßem, elektrisch leitfähigem Bariumsulfat versetzten Kunststoffe durch eine konstante elektrische Leitfähigkeit bei Temperaturschwankungen aus, so daß die mit dem erfindungsgemäßem, elektrisch leitfähigem Bariumsulfat versetzten Kunststoffe vielseitig verwendet werden können.

Eine bevorzugte Ausgestaltung der Erfindung besteht darin, daß der Anteil von  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  in der Schicht 6 bis 12 Gew.-% beträgt. Das elektrisch leitfähige Bariumsulfat weist dadurch eine relativ hohe elektrische Leitfähigkeit auf, wodurch der Gewichtsanteil der Schicht am elektrisch leitfähigen Bariumsulfat relativ niedrig gehalten werden kann, so daß auch der Preis für das elektrisch leitfähige Bariumsulfat relativ niedrig ist.

Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung beträgt die Dicke der Schicht 10 bis 30 nm. Dadurch läßt sich eine relativ hohe Haftfestigkeit der Schicht aus mit  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  dotiertem  $\text{SnO}_2$  auf den  $\text{BaSO}_4$ -Teilchen erreichen. Beträgt die Dicke der Schicht 10 bis 30 nm, so ist gewährleistet, daß die Schicht bei der Einarbeitung des elektrisch leitfähigen Bariumsulfats nicht von den  $\text{BaSO}_4$ -Teilchen abgetrennt wird.

Nach einer weiteren bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung besitzen die  $\text{BaSO}_4$ -Teilchen eine spezifische Oberfläche von 0,1 bis 150  $\text{m}^2/\text{g}$ . Dadurch ist das erfindungsgemäße elektrisch leitfähige Bariumsulfat auf vielen Gebieten einsetzbar.

Gemäß einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung besitzen die  $\text{BaSO}_4$ -Teilchen eine spezifische Oberfläche von 0,1 bis 3 oder von 12 bis 150  $\text{m}^2/\text{g}$ . Dadurch wird erreicht, daß das elektrisch leitfähige Bariumsulfat eine Transparenz aufweist und somit vorteilhaft mit Anstrichmassen verarbeitet werden kann, um für diese eine elektrische Leitfähigkeit herbeizuführen, ohne das Deckvermögen weiterer Pigmente nachteilig zu beeinflussen.

Die der Erfindung zugrundeliegende Aufgabe wird ferner durch ein Verfahren zur Herstellung eines elektrisch leitfähigen Bariumsulfats gelöst, bei dem eine wäßrige  $\text{BaSO}_4$ -Dispersion mit einer ersten Lösung, die  $\text{SnCl}_4$  enthält, versetzt wird und die Mischung anschließend mit einer zweiten Lösung, die  $\text{SbCl}_3$  enthält, versetzt wird, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß eine wäßrige  $\text{BaSO}_4$ -Dispersion mit einer  $\text{BaSO}_4$ -Konzentration von 50 bis 800 g/l verwendet wird, daß die erste saure Lösung  $\text{SnCl}_4$  in einer Konzentration von 1 bis 95 Gew.-% enthält, daß die zweite saure Lösung  $\text{SbCl}_3$  in einer Konzentration von 0,5 bis 60 Gew.-% enthält, daß mit der Zugabe der ersten Lösung zu der  $\text{BaSO}_4$ -Dispersion gleichzeitig eine basische Lösung bis zu einem pH-Wert von 9 bis 15 zugegeben wird, daß der pH-Wert der Mischung durch Zugabe von Säure vor der Zugabe der zweiten Lösung auf 4 bis 1 gesenkt wird, und daß das entstandene elektrisch leitfähige Bariumsulfat separiert, getrocknet und bei 300 bis 800 °C geäugt wird. Als basische Lösung können beispielsweise wäßrige  $\text{NaOH}$ - oder  $\text{KOH}$ -Lösungen verwendet werden. Dieses Verfahren hat den Vorteil, daß die  $\text{BaSO}_4$ -Teilchen vollständig von einer Schicht aus mit  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  dotiertem  $\text{SnO}_2$  umhüllt werden. Das Verfahren ist leicht und schnell durchführbar, und das nach dem Verfahren hergestellte elektrisch leitfähige Bariumsulfat weist eine gute Dispergierbarkeit in Kunststoffen auf.

Gemäß einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung wird der  $\text{BaSO}_4$ -Suspension vor der Zugabe der ersten Lösung eine dritte saure Lösung bei einem pH-Wert von 0 bis 3 zugegeben, die  $\text{SnCl}_4$  in einer Konzentration von 1 bis 95 Gew.-% enthält, und danach wird die entstandene Ausgangsmischung vor der Zugabe der ersten Lösung und der basischen Lösung 10 bis 200 min gerührt. Dies hat den Vorteil, daß die Oberfläche der  $\text{BaSO}_4$ -Teilchen vor der Zugabe der ersten Lösung durch das in der dritten Lösung enthaltene  $\text{SnCl}_4$  angeätzt wird, so daß die Schicht aus mit  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  dotiertem  $\text{SnO}_2$  schneller und stärker an den  $\text{BaSO}_4$ -Teilchen haftet.

Nach einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung wird die Mischung nach der Zugabe der ersten Lösung und der basischen Lösung 10 bis 200 min gerührt und danach der pH-Wert der Mischung durch Zugabe von Säure vor der Zugabe der zweiten Lösung auf 4 bis 1 gesenkt. Dies hat den Vorteil, daß die  $\text{BaSO}_4$ -Teilchen mit einer Schicht aus  $\text{SnO}_2$  vollständig umhüllt werden, bevor eine Dotierung des  $\text{SnO}_2$  mit  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  eingeleitet wird, was zur Folge hat, daß das  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  homogen in der Schicht aus  $\text{SnO}_2$  verteilt wird.

Gemäß einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung wird das elektrisch leitfähige Bariumsulfat nach 1 bis 30 Stunden separiert, getrocknet und

geglüht. Dadurch wird eine relativ hohe chemische Stabilität des elektrisch leitfähigen Bariumsulfats erreicht.

Nach einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung wird das elektrisch leitfähige Bariumsulfat zur Herstellung elektrisch leitfähiger Klebstoffe oder elektrisch leitfähiger Anstrichmassen oder elektrisch leitfähiger Kunststoffe oder elektrisch leitfähiger Laminatpapiere oder elektrisch leitfähiger Synthesefasern verwendet. Dadurch läßt sich die Qualität der genannten Produkte verbessern. Der Gegegenstand der Erfindung wird anhand der nachstehenden Beispiele näher erläutert.

#### Beispiel 1

100 g  $\text{BaSO}_4$  mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 10  $\mu\text{m}$  und einer spezifischen Oberfläche von 0,1  $\text{m}^2/\text{g}$  werden in 400 ml Wasser suspendiert, das eine Temperatur von 70 °C hat. Anschließend wird der pH-Wert durch Zugabe von 1 ml konzentrierter Salzsäure auf 2 eingestellt. Danach werden der sauren  $\text{BaSO}_4$ -Dispersion 500 ml Wasser, das eine Temperatur von 70 °C hat und die dritte Lösung aus 1 ml  $\text{SnCl}_4$  und 1 ml konzentrierter Salzsäure zugesetzt. Die so entstandene Ausgangsmischung wird 60 min gerührt, wobei sich ein pH-Wert von 1,5 einstellt. Nachfolgend werden gleichzeitig 800 ml 10%ige  $\text{NaOH}$  und als erste Lösung 31 ml  $\text{SnCl}_4$ , letzteres gelöst in 100 ml 2-molarer Salzsäure, zugegeben. Die Mischung wird 30 min gerührt. Dabei wird die Temperatur auf 70 °C gehalten. Innerhalb der nächsten 90 Minuten wird der pH-Wert durch Zugabe von 110 ml 2-molarer Salzsäure auf 2,5 gesenkt. Danach werden als zweite Lösung 100 ml 2-molare Salzsäure, die 5,3 g  $\text{SbCl}_3$  enthalten, sowie 170 ml 10%ige  $\text{NaOH}$  gleichzeitig tropfenweise zugegeben. Nach weiteren 20 h wird das elektrisch leitfähige Bariumsulfat separiert und getrocknet. Die spezifische Leitfähigkeit des elektrisch leitfähigen Bariumsulfats beträgt nach zweistündiger Glühung bei 600 °C  $1,1 \times 10^{-1}$  ( $\Omega \times \text{cm})^{-1}$ .

#### Beispiel 2

100 g  $\text{BaSO}_4$  mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 100  $\mu\text{m}$  und einer spezifischen Oberfläche von 30  $\text{m}^2/\text{g}$  werden in 900 ml destilliertem Wasser suspendiert und mit der dritten Lösung aus 1 ml  $\text{SnCl}_4$  und 1 ml konzentrierter Salzsäure versetzt, so daß sich ein pH-Wert von 1,5 einstellt. Die entstandene Ausgangsmischung wird 1 h gerührt. Nachfolgend werden gleichzeitig 800 ml 10%ige  $\text{NaOH}$  und als erste Lösung 31 ml  $\text{SnCl}_4$ , die in 100 ml 2-molarer Salzsäure gelöst sind, zugegeben, und es wird weitere 30 min gerührt. Die Temperatur der Mischung wird dabei auf

70 °C gehalten. Innerhalb der nächsten 90 min wird der pH-Wert durch Zugabe von 110 ml 2-molarer Salzsäure auf 2,5 gesenkt. Danach werden als zweite Lösung 100 ml 2-molare Salzsäure, die mit 5,3 g SbCl<sub>3</sub> versetzt sind, sowie 170 ml 10%ige NaOH gleichzeitig tropfenweise zugegeben. Nach weiteren 20 h wird das elektrisch leitfähige Bariumsulfat separiert und getrocknet. Seine spezifische Leitfähigkeit beträgt nach zweistündiger Glühung bei 400 °C  $2,3 \times 10^{-4}$  ( $\Omega \times \text{cm}$ )<sup>-1</sup> und nach zweistündiger Glühung bei 600 °C  $1,7 \times 10^{-2}$  ( $\Omega \times \text{cm}$ )<sup>-1</sup>.

### Beispiel 3

100 g BaSO<sub>4</sub> mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 100  $\mu\text{m}$  und einer spezifischen Oberfläche von 30  $\text{m}^2/\text{g}$  werden in 900 ml destilliertem Wasser suspendiert. Der pH-Wert wird durch Zugabe von 1 ml konzentrierter Salzsäure auf 2 eingestellt. Danach werden als dritte Lösung 1 ml SnCl<sub>4</sub> und 1 ml konzentrierte Salzsäure zugesetzt. Die so entstandene Ausgangsmischung wird 60 min gerührt, wobei sich ein pH-Wert von 1,5 einstellt. Nachfolgend werden gleichzeitig als erste Lösung 72 ml SnCl<sub>4</sub>, die in 150 ml 2-molarer Salzsäure gelöst sind, sowie 1 l 10%ige NaOH zugegeben. Die Mischung wird anschließend 30 min gerührt, wobei die Temperatur auf 70 °C gehalten wird. Innerhalb der nächsten 90 min wird der pH-Wert durch Zugabe von 110 ml 2-molarer Salzsäure auf 2,5 gesenkt. Danach werden als zweite Lösung 150 ml 2-molare Salzsäure, die mit 8 g SbCl<sub>3</sub> versetzt sind, und 150 ml 10%ige NaOH gleichzeitig tropfenweise zugegeben. Nach weiteren 20 Stunden wird das elektrisch leitfähige Bariumsulfat separiert und getrocknet. Seine spezifische Leitfähigkeit beträgt nach zweistündiger Glühung bei 600 °C  $1,9 \times 10^{-2}$  ( $\Omega \times \text{cm}$ )<sup>-1</sup>.

### Beispiel 4

200 g BaSO<sub>4</sub> mit einem mittlerem Teilchendurchmesser von 0,5  $\mu\text{m}$  und einer spezifischen Oberfläche von 4  $\text{m}^2/\text{g}$  werden in 800 ml Wasser suspendiert. Der pH-Wert wird durch Zugabe von 1 ml konzentrierter Salzsäure auf 2 eingestellt. Anschließend werden als dritte Lösung 2 ml einer sauren SnCl<sub>4</sub>-Lösung mit einer SnCl<sub>4</sub>-Konzentration von 50% zugegeben, und die Lösung wird 1 h gerührt, wobei sich ein pH-Wert von 1,5 einstellt. Anschließend werden der Ausgangsmischung 1000 ml 10%ige NaOH zugegeben, wobei sich der pH-Wert auf 14 einstellt. Gleichzeitig erfolgt die Zugabe der ersten Lösung aus 62 ml SnCl<sub>4</sub> in 138 ml 2-molarer Salzsäure. Dabei sinkt der pH-Wert auf 11,5 ab. Danach wird die Mischung 30 min gerührt, wobei die Temperatur auf 70 °C gehalten wird.

Innerhalb der nächsten 90 min wird der pH-Wert mit 470 ml 2-molarer Salzsäure auf 2,5 gesenkt. Danach werden als zweite Lösung 200 ml 2-molare Salzsäure, die 10,6 g SbCl<sub>3</sub> enthalten, zugegeben.

5 Um den pH-Wert auf 2,5 einzustellen, müssen insgesamt 200 ml 10%ige NaOH zugesetzt werden. Nach weiteren 20 h wird das elektrisch leitfähige Bariumsulfat separiert und getrocknet. Seine spezifische Leitfähigkeit beträgt nach zweistündiger Glühung bei 600 °C  $8,0 \times 10^{-3}$  ( $\Omega \times \text{cm}$ )<sup>-1</sup>.

10

### Beispiel 5

In diesem Beispiel wird im Gegensatz zu den vorangegangenen Beispielen 1 bis 4 die Beschichtung des BaSO<sub>4</sub> im sauren Milieu angestrebt, also bewußt auf die Anhebung des pH-Werts auf 9-15 durch gleichzeitige Zugabe einer basischen Lösung zusammen mit der ersten sauren Lösung, die SnCl<sub>4</sub> enthält, verzichtet.

15 200 g BaSO<sub>4</sub> mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 0,5  $\mu\text{m}$  und einer spezifischen Oberfläche von 4  $\text{m}^2/\text{g}$  werden in 800 ml Wasser suspendiert. Der pH-Wert wird durch Zugabe von 1 ml konzentrierter Salzsäure auf 2 eingestellt. Anschließend werden 2 ml SnCl<sub>4</sub> zugegeben und die Lösung 1 h gerührt, wobei sich ein pH-Wert von 1,5 einstellt. Danach wird die Ausgangsmischung auf 70 °C erhitzt und mit 10%iger NaOH der pH-Wert nur auf 2,5 angehoben. Innerhalb von 90 min werden gleichzeitig 62 ml SnCl<sub>4</sub>, gelöst in 138 ml 2-molarer Salzsäure, und 10,6 g SbCl<sub>3</sub>, gelöst in 200 ml 2-molarer Salzsäure, mit 1100 ml 10%iger NaOH zugegeben. Nach weiteren 20 h wird das BaSO<sub>4</sub> separiert und getrocknet. Die spezifische Leitfähigkeit betrug nach 2-stündiger Glühung bei 600 °C  $2 \cdot 10^{-7}$  ( $\Omega \times \text{cm}$ )<sup>-1</sup>. Diese relativ schlechte spezifische Leitfähigkeit und transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen des Produkts belegen, daß im sauren Milieu eine Beschichtung von BaSO<sub>4</sub> nicht möglich ist, sondern daß ein Pulvergemisch entsteht, in welchem mit Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dotiertes SnO<sub>2</sub> und BaSO<sub>4</sub> nebeneinander vorliegen.

25

### Patentansprüche

1. Elektrisch leitfähiges Bariumsulfat, dadurch gekennzeichnet, daß es aus BaSO<sub>4</sub>-Teilchen besteht, die von einer Schicht aus mit Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dotiertem SnO<sub>2</sub> umhüllt sind.
2. Elektrisch leitfähiges Bariumsulfat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil von Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in der Schicht 6 bis 12 Gew.-% beträgt.
3. Elektrisch leitfähiges Bariumsulfat nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, dadurch gekenn-

zeichnet, daß die Dicke der Schicht 10 bis 30 nm beträgt.

4. Elektrisch leitfähiges Bariumsulfat nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die BaSO<sub>4</sub>-Teilchen eine spezifische Oberfläche von 0,1 bis 150 m<sup>2</sup>/g besitzen. 5

5. Elektrisch leitfähiges Bariumsulfat nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die BaSO<sub>4</sub>-Teilchen eine spezifische Oberfläche von 0,1 bis 3 oder von 12 bis 150 m<sup>2</sup>/g besitzen. 10

6. Verfahren zur Herstellung eines elektrisch leitfähigen Bariumsulfats, bei dem eine wäßrige BaSO<sub>4</sub>-Dispersion mit einer ersten Lösung, die SnCl<sub>4</sub> enthält, versetzt wird und die Mischung anschließend mit einer zweiten Lösung, die SbCl<sub>3</sub> enthält, versetzt wird, dadurch gekennzeichnet, daß eine wäßrige BaSO<sub>4</sub>-Dispersion mit einer BaSO<sub>4</sub>-Konzentration von 50 bis 800 g/l verwendet wird, daß die erste saure Lösung SnCl<sub>4</sub> in einer Konzentration von 1 bis 95 Gew.-% enthält, daß die zweite saure Lösung SbCl<sub>3</sub> in einer Konzentration von 0,5 bis 60 Gew.-% enthält, daß mit der Zugabe der ersten Lösung zu der BaSO<sub>4</sub>-Dispersion gleichzeitig eine basische Lösung bis zu einem pH-Wert von 9 bis 15 zugegeben wird, daß der pH-Wert der Mischung durch Zugabe von Säure vor der Zugabe der zweiten Lösung auf 4 bis 1 gesenkt wird und daß das entstandene elektrisch leitfähige Bariumsulfat separiert, getrocknet und bei 300 bis 800 °C geglüht wird. 15  
20  
25  
30  
35

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der BaSO<sub>4</sub>-Suspension vor der Zugabe der ersten Lösung eine dritte saure Lösung bei einem pH-Wert von 0 bis 3 zugegeben wird, die SnCl<sub>4</sub> in einer Konzentration von 1 bis 95 Gew.-% enthält und daß danach die entstandene Ausgangsmischung vor der Zugabe der ersten Lösung und der basischen Lösung 10 bis 200 min gerührt wird. 40  
45

8. Verfahren nach Anspruch 6 oder Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischung nach der Zugabe der ersten Lösung und der basischen Lösung 10 bis 200 min gerührt wird und danach der pH-Wert der Mischung durch Zugabe von Säure vor der Zugabe der zweiten Lösung auf 4 bis 1 gesenkt wird. 50

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 - 8, dadurch gekennzeichnet, daß das elektrisch leitfähige Bariumsulfat nach 1 bis 30 Stunden separiert, getrocknet und geglüht wird. 55



**EUROPÄISCHER  
RECHERCHENBERICHT**

Nummer der Anmeldung

EP 91 20 1032

**EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE**

Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
A,D	WPIL, FILE SUPPLIER, AN = 82-04671E, Derwent Publications Ltd, London, GB; & JP-A-56 157 438 (MITSUBISHI METAL) 04-12-1981 * Zusammenfassung * -----		C 08 K 9/02 C 09 C 1/02 H 01 B 1/06
A	WPIL, FILE SUPPLIER, AN = 81-86328D, Derwent Publications Ltd, London, GB; & JP-A-56 130 006 (MITSUBISHI ELECTRIC CORP.) 12-10-1981 * Zusammenfassung * -----		
<b>RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)</b>			
C 08 K C 01 F			

Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt

Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer
Den Haag	29 August 91	SIEMENS T.
<b>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</b>		
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet		E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmelde datum veröffentlicht worden ist
Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie		D : in der Anmeldung angeführtes Dokument
A : technologischer Hintergrund		L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument
O : nichtschriftliche Offenbarung		.....
P : Zwischenliteratur		& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze		